УДК 669.1.017:621.78-977

О. В. КУДРЯКОВ, И.Г. ПОГОРЕЛОВА

ПОВЫШЕНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ ТРУБНОЙ СТАЛИ ПРИ КОМБИНИРОВАННОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ

Исследованы процессы структурообразования трубной стали под действием разнообразных видов и режимов термической обработки (ТО) при печном и индукционном нагреве. Показана эффективность применения индукционной закалки нефтегазопроводных труб из межкритического интервала температур. В комбинации с другими видами ТО (нормализацией, полной закалкой, отпуском) обеспечивается резкое повышение предела текучести и особенно хладостойкости стали (почти на порядок при температуре испытания –70°С). При этом заметно увеличивается стойкость трубной стали к некоторым видам коррозионного разрушения, характерным для почв Сибири и Крайнего Севера.

Ключевые слова: *трубная сталь, термическая обработка, закалка из межкритического интервала температур, микроструктура, механические свойства, хладостойкость, антикоррозионные свойства, горячекатаные нефтегазопроводные трубы.*

Введение. Исследования, направленные на повышение стойкости трубной стали к воздействию низких температур и коррозионно-активных H_2S– и CO_2– содержащих сред, всегда были востребованы нефтедобывающей отраслью нашей страны. Климатические условия отечественной нефтедобычи обеспечивают высокую актуальность этой проблематики. В лабораториях ОАО «Тагмет» в последние годы разрабатывается перспективное направление по созданию технологии, обеспечивающей увеличение коррозионной и хладостойкости бесшовных горячедеформированных нефтегазопроводных труб за счет комбинированной термической обработки [1]. Новизна этого научного направления обусловлена тем, что результат достигается проработкой металловедческого аспекта – изучением закономерностей структурной организации стали и их управлением при термообработке. Тогда как предшествующие исследования носили, прежде всего, металлургический характер и были направлены на резкое снижение концентрации серы в металле и подавление процесса образования сульфидов и оксисульфидов [2,3].

Эксперимент и его методики. Для проведения работ по подбору и оптимизации комплекса операций термической обработки (ТО) была произведена прокатка партии из 30-ти труб ∅114мм и толщиной стенки 9 мм из стали следующего химического состава: 0,23%C; 0,58%Mn; 0,23%Si; 0,005%P; 0,015%S; 0,03%Al; 0,05%Cr; 0,07%Ni; 0,16%Cu. Образцы для исследований отбирали от переднего и заднего конца труб.

Для нагрева труб использовали газопламенные проходные печи, а также установку для индукционной закалки труб токами промышленной частоты и охлаждающее устройство в виде «кольцевого» спрейера.

Исследование микроструктуры и неметаллических включений проводили с привлечением стандартных методик металлографического, фрактографического и микрорентгеноспектрального анализов по микрошлифам и изломам, полученным методом внецентренного отрыва вдоль плоскости прокатки. На изломах выявляли характер распределения неметаллических включений по объему металла, проводили анализ их геометрических параметров и химического состава. Микроструктуру стали исследовали на продольных микрошлифах. В качестве параметров неоднородности структуры определяли величину зерна и балл ферритно-перлитной полосчатости. Анализ проводили с использованием измерительного комплекса – металлографического микроскопа «ММ-6», растрового электронного микроскопа фирмы «Jeol» (Япония), рентгеноспектрального анализатора «Superprobe-733» и ЭВМ «Link». Статистический анализ микроструктурных параметров металла (размер зерна, содержание перлита в стали) проводили с использованием компьютерного комплекса обработки изображений «IBAS» фирмы «KONTRON» (Германия).

Скорость общей коррозии металла нефтегазопроводных труб оценивали на специально подготовленных образцах в двух коррозионно-активных средах: сероводородсодержащей среде по международному стандарту NACE TM 01-77(90) и модельной среде, содержащей CO_2 (продолжительность испытаний – 96 ч). Стойкость против сульфидного коррозионного растрескивания (СКРН) определяли при одноосной растягивающей нагрузке на специальной установке "Cortest” по стандарту NACE TM 01-77(96) при продолжительности испытаний 720 ч. Оценивали пороговое напряжение σ_{th} в % от минимально гарантируемого значения предела текучести (метод А), а также среднее значение коэффициента интенсивности напряжений K_{1SSC} (в МПа·м$^{1/2}$) и его стандартное отклонение (метод Д). Стойкость трубной стали к водородному растрескиванию (ВР) оценивали по стандарту NACE TM 02-84 (при времени испытаний – 96 ч) с расчетом коэффициентов длины CLR (%) и толщины CTR (%) трещины.

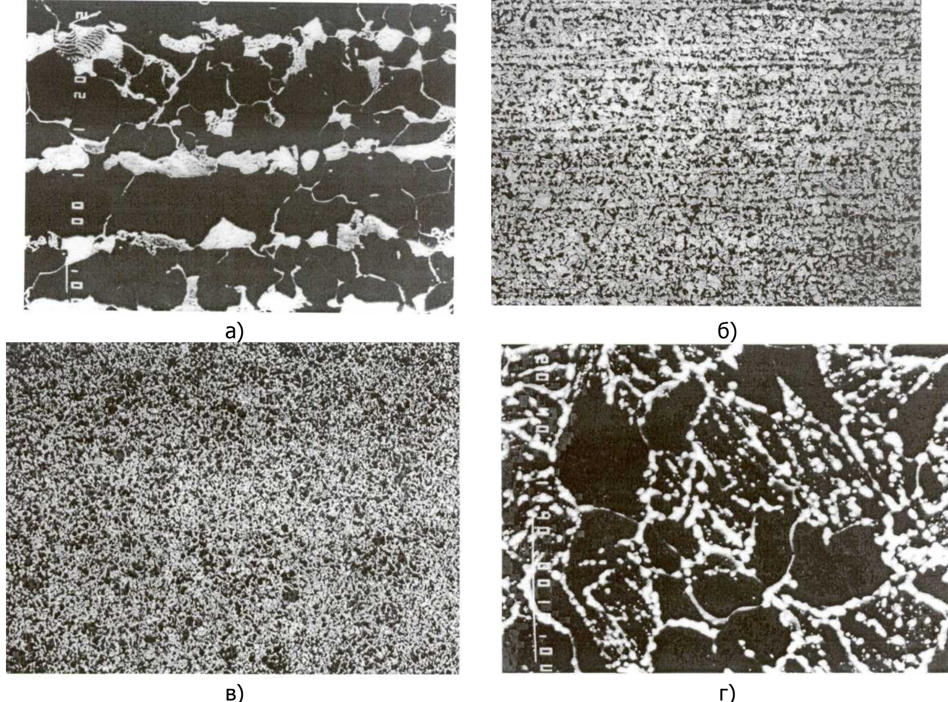
Испытания на трещиностойкость проводили на воздухе (ударная вязкость KCV в Дж/м^2, определявшаяся на образцах Шарпи) и в коррозионной среде по стандарту NACE TM 01-77(96) (вязкость разрушения K_{1SSC} в МПа·м$^{1/2}$, определявшаяся на образцах типа двухконсольной балки).

Результаты исследования и их обсуждение. Термическая обработка труб включала различные виды (нормализация, полная и неполная закалка, отпуск) и их сочетания. В общей сложности было исследовано более 30 режимов ТО. Некоторые из них представлены в табл.1. Температурные параметры каждого цикла термической обработки варьировали с целью выявления наиболее оптимального режима, обеспечивающего наилучшее сочетание механических характеристик, структурного состояния металла и коррозионных свойств.

Таблица 1

Характеристики микроструктуры трубной стали, обработанной по различным режимам ТО

№ режима ТО	Вид термической обработки	Параметры микроструктуры	
		Балл зерна	Балл ферритно-перлитной полосчатости
0	Нормализация с прокатного нагрева	6-7	2,0
1	Нормализация	8	3,0
4	Полная закалка	4-7	0,5
2	Полная закалка + высокий отпуск	4-5	0,5
6	Полная закалка + высокий отпуск + закалка из МКИ	11-12	0
15	Закалка из МКИ	11-12	1
13	Закалка из МКИ + высокий отпуск	11	1
3	Полная закалка + высокий отпуск + закалка из МКИ + высокий отпуск	12	1
19	Закалка из МКИ + закалка из МКИ + высокий отпуск	11	1,5
21	Нормализация + закалка из МКИ + высокий отпуск	8	4
30	Полная закалка + нормализация из МКИ	9	3



а) б)

в) г)

Рис.1. Микроструктура металла труб после: а – нормализации, ×1000; б – полной закалки + нормализации из МКИ (вариант №30), ×100; в – полной закалки + закалки из МКИ (вариант ТО №7) , ×100; г – полной закалки + высокого отпуска + закалки из МКИ + высокого отпуска (вариант ТО №3), ×4000

Негативное влияние крупнозернистости и ферритно-перлитной полосчатости на комплекс механических свойств стали общеизвестно. Из приведенных данных следует, что радикальное измельчение зерна достигается только при использовании закалки из межкритического интервала (МКИ) температур Ac_1–Ac_3. При этом наиболее оптимальным видом термообработки, предшествующим закалке из МКИ, является полная закалка с промежуточным высоким отпуском (см. варианты ТО №3 и №6 в табл.1). Структура, получаемая по такому режиму термической обработки, характеризуется однородностью по сечению и длине трубы, отсутствием полосчатости и мелкозернистостью (рис.1). Металл трубы обладает также высоким сопротивлением к разрушению при ударном изгибе как при комнатных, так и при пониженных температурах испытания (см. табл.2).

Если же закалке из межкритического интервала предшествует нормализация, то в конечном итоге после отпуска формируется также ферритно-перлитная структура, но отличающаяся грубой полосчатостью и более крупным зерном (вариант ТО №21 в табл.1).

Из табл.1 видно, что режимы ТО, которые включают в себя двойную закалку и высокий отпуск, дают более мелкозернистую структуру. Структура металла после однократной термообработки представлена неравномерными по величине перлитными зернами грубой остроугольной формы, повторяющими по форме структуру горячекатаной трубы.

Структура металла после двойной закалки (варианты ТО №3 и №19 в табл.1) отличается высокой равновесностью и представлена равноосными ферритно-перлитными зернами, максимальный размер которых не превышает 10 мкм (см. рис.1). Форма карбидов в перлитных зернах зернистая; их размер не более 1 мкм. Полосчатость ферритно-перлитной структуры у наружной поверхности и в центральных объемах трубы практически отсутствует, а у внутренней поверхности – не выше 1 балла по ГОСТ 5640.

Известно, что зарождение аустенитных зерен в процессе изотермической выдержки в межкритическом интервале температур происходит по границам бывших аустенитных зерен. При этом структурной наследственности, проявляющейся как повторение новыми аустенитными зернами формы исходных кристаллов, не наблюдается. Наоборот, образующиеся зерна аустенита имеют относительно равноосную форму. Также важно, что при изотермической выдержке в межкритическом интервале температур исходно закаленной стали происходят зарождение и рост новых ферритных зерен, возможно, по механизму рекристаллизации. При этом вновь образованное ферритное зерно имеет минимальное количество дефектов. При выдержке в межкритическом интервале температур протекают сложные процессы взаимной многокомпонентной диффузии, оказывающей большое влияние на конечные свойства металла термообработанной трубы. После высокотемпературного отпуска микроструктура металла трубы представлена мелкими равноосными ферритно-перлитными зернами с преимущественно округлой формой карбидов (см. рисунок г), расположенных на границах

и частично сгруппированных в виде субзерен внутри отдельных кристаллитов.

Анализ микроструктуры показывает, что закалка из МКИ, независимо от того, на каком этапе ТО она проводится, приводит к значительному измельчению зерна и снижению структурной полосчатости. Это связано, по-видимому, с образованием большого количества центров кристаллизации аустенита по границам бывших аустенитных зерен. В отличие от одинарной закалки из МКИ двойная закалка приводит к образованию более равновесной формы как ферритного, так и перлитного зерен.

Таблица 2

Результаты механических испытаний трубной стали, обработанной по различным режимам ТО

№№ режима ТО	Вид термической обработки	На одноосное растяжение					Ударная вязкость KCV, (10^5 Дж/м^2) при $T_{исп.}$ °С			HRB средняя
		$\sigma_В$, МПа	$\sigma_Т$, МПа	δ, %	ψ %	$\sigma_Т/\sigma_В$	+20	–40	–70	
1	Нормализация	470	245	19,0	42,0	0,52	11,7	–	–	76
3	Полная закалка + высокий отпуск + закалка из МКИ + высокий отпуск	539	365	32,5	66,0	0,68	23,7	23,3	25,1	75
8	Полная закалка + закалка из МКИ + высокий отпуск	560	397	29,7	75,8	0,71	26,6	24,7	25,1	79
11	Закалка из МКИ + высокий отпуск + закалка из МКИ + высокий отпуск	537	362	33,1	72,8	0,67	18,4	18,8	22,7	75
19	Закалка из МКИ + закалка из МКИ + высокий отпуск	538	371	29,1	71,5	0,69	26,7	25,8	26,4	78
21	Нормализация + закалка из МКИ + высокий отпуск	556	349	33,0	71,5	0,63	25,5	25,8	29,1	81
30	Полная закалка + нормализация из МКИ	489	310	28,9	65,5	0,63	12,4	9,0	8,4	78

Результаты механических испытаний показали (см. табл.2), что при повышенном пределе текучести металл может иметь очень высокие значения ударной вязкости вплоть до температуры –70°С, не достижимые ранее для стали марки 20.

Результаты лабораторных коррозионных испытаний на общую коррозию в двух коррозионно-активных H_2S– и CO_2–содержащих средах приведены в табл.3. Результаты испытаний на водородное растрескивание (ВР) по стандарту NACE TM 02-84(96) и стойкость к сульфидному коррозионному растрескиванию под напряжением (СКРН) по стандарту NACE TM 01-77(96) (метод А и метод Д) приведены в табл.4.

Таблица 3

Скорость коррозии трубной стали
в химически различных коррозионно-активных средах

№ режима ТО	Вид термической обработки	Скорость коррозии в среде, г/(м^2·ч)	
		H_2S–содержащая	CO_2–содержащая
3	Полная закалка + высокий отпуск + закалка из МКИ + высокий отпуск	0,472–0,528	0,481–0,593
8	Полная закалка + закалка из МКИ + высокий отпуск	0,563–0,671	0,427–0,544
11	Закалка из МКИ + высокий отпуск + закалка из МКИ + высокий отпуск	0,503–0,504	0,407–0,413
19	Закалка из МКИ + закалка из МКИ + высокий отпуск	0,658–0,667	1,01–1,03
21	Нормализация + закалка из МКИ + высокий отпуск	0,491–0,504	1,16–1,25
30	Полная закалка + нормализация из МКИ	0,471–0,492	0,695–0,854

Обобщенные данные испытаний показывают, что вариант ТО №3 (см. табл.3), включающий в себя полную закалку с отпуском и закалку из МКИ с отпуском, имеет лучшее сочетание механических, структурных и коррозионных свойств. Трубная сталь, обработанная по данному режиму, обладает наиболее высоким сопротивлением к общей коррозии и сульфидному коррозионному растрескиванию под напряжением. Пороговое напряжение σ_{th} , определяемое как отношение нагрузки, при которой не происходит разрушение за 720 часов выдержки к минимально допустимому пределу текучести материала (в данном случае минимальное значение $\sigma_т$=345 МПа) составляет 80%, что считается хорошим результатом.

Таблица 4

Результаты коррозионных испытаний трубной стали,
обработанной по различным режимам ТО

№ режима ТО	Вид термической обработки	Стойкость к СКРН		Стойкость к ВР	
		Метод А	Метод Д	CLR, %	CTR, %
3	Полная закалка + высокий отпуск + закалка из МКИ + высокий отпуск	80	51 ±6,2	0,0	0,0
8	Полная закалка + закалка из МКИ + высокий отпуск	75	43±6,7	0,0	0,0
11	Закалка из МКИ + высокий отпуск + закалка из МКИ + высокий отпуск	75	50±7,4	0,0	0,0
19	Закалка из МКИ + закалка из МКИ + высокий отпуск	70	37±5,8	0,0	0,0
21	Нормализация + закалка из МКИ + высокий отпуск	60	29±5,6	1,2	6,5
30	Полная закалка + нормализация из МКИ	60	31±6,4	6,8	14,5

В металле труб, термообработанных по вариантам № 3, 8, 11, 19 (см. табл.4), включающих двойную закалку, трещин водородного растрес-

кивания при испытаниях по стандарту NACE TM 02-84(96) в течение 96 часов не обнаружено. Тогда как в образцах труб, подвергнутых нормализации, выявлены трещины ВР. Особенно сильно подвержен растрескиванию металл по варианту №30 после окончательной операции ТО – нормализации.

Коррозионные испытания металла труб на стойкость к общей коррозии, водородному охрупчиванию и сульфидному коррозионному растрескиванию под напряжением показали значения оцениваемых параметров на уровне специально легированных сталей.

Эффективность полученных результатов по сопротивлению нефтегазопроводных труб различного рода разрушениям обусловлена структурными особенностями трубной стали, формирующихся в результате термообработки с «заходом» в межкритический интервал температур. При нагреве в МКИ происходит рафинирование феррита. Он, во-первых, «очищается» от примесей, сегрегации которых способствуют трещинообразованию либо в силу своей морфологии (удлиненные сульфиды), либо как непроницаемые барьеры на пути движения дислокаций (компактные оксисульфиды). Во-вторых, получающийся при таком нагреве феррит рекристаллизуется – он практически полностью свободен от дефектов сдвигового характера (дислокаций и их комплексов). Таким образом, устраняются причины для развития дислокационных механизмов зарождения (по Стро, Коттреллу, по механизму поперечного скольжения, по механизму разрыва дислокационных стенок и т.д.) и «подпитки» развивающихся трещин в феррите. Кроме того, при отсутствии разного рода неметаллических включений и при минимальной плотности дислокаций в феррите значительно уменьшается количество возможных «ловушек водорода» [4,5], что существенно повышает коррозионную стойкость стали в водородсодержащих средах.

Следует отметить, что, чем ниже температура закалки из МКИ, тем эффект рафинирования стали выше. Поскольку по мере повышения этой температуры в МКИ количество рафинированного феррита по отношению к «загрязненному» примесями аустениту убывает.

Важную роль в повышении комплекса свойств стали играет отпуск. Первый отпуск после полной закалки (режим ТО №3) выполняет дифференцирующую функцию по формированию структуры с максимально дисперсными зернистыми карбидами. Тем самым создаются предпосылки для максимально возможного измельчения зернового состава при последующем нагреве в МКИ под вторую закалку.

При втором отпуске (после закалки из МКИ) все процессы выделения частиц вторых фаз в мартенсите носят коагуляционный характер и формируют включения сфероидной формы (прежде всего, карбидной фазы). В силу отсутствия концентраторов напряжений в таком металле процессы зарождения трещин при последующем нагружении и эксплуатации труб максимально задерживаются во времени.

Выводы. Проведенными исследованиями экспериментально показано, что термической обработкой бесшовных горячедеформированных нефтегазопроводных труб из стали 20 может быть получена однородная мелкозернистая (10-12 балл зерна по ГОСТ 5639) ферритно-перлитная структура с зернистой формой карбидов, обеспечивающая повышение временного сопротивления разрушению и предела текучести на 80-100 МПа, а ударной вязкости при температуре испытания –50°С и –70°С почти на порядок. Оптимальная ТО включает последовательность следующих операций: полная закалка водяным спрейером + высокий отпуск + закалка из межкритического интервала температур водяным спрейером + высокотемпературный отпуск.

Помимо комплекса высоких механических свойств, трубы после такой термической обработки характеризуются увеличением коррозионной стойкости в 2-3 раза. Существенно повышается стойкость к коррозионному разрушению в средах, содержащих H_2S – к водородному и сульфидному коррозионному растрескиванию. Пороговое напряжение σ_{th} не ниже 75% минимально допустимого предела текучести металла труб, а коэффициент интенсивности напряжений в вершине коррозионной трещины K_{1SSC} не ниже 40 МПа·м$^{1/2}$.

Достигнутое повышение функциональных свойств трубных сталей обеспечивается за счет структурных особенностей стали, формирующихся при комбинированной ТО с нагревом в МКИ. Структурный механизм повышения свойств включает гомогенизацию феррита (по содержанию как примесей, так и дефектов кристаллического строения) и улучшение морфологии вторичных фаз (прежде всего, карбидной).

Таким образом, проведенные эксперименты, моделирующие условия эксплуатации труб на нефтяных и газовых месторождениях Западной Сибири и Крайнего Севера, закладывают основы для технологической базы производства труб нового поколения для районов с жесткими климатическими требованиями.

Библиографический список

1. Способ производства бесшовных труб из малоуглеродистой стали / Шулежко А.Ф., Фурман Ю.С., Погорелова И.Г. и др. // Пат. на изобретение RU 2112049 C1, 6 МПК С 21 D 8/10, 9/08; приоритет от 12.03.97; дата публикации 27.04.98. // Бюл. «Изобретения. Полезные модели.». – 1998. – №15. – Ч.2. – С.308.
2. Тетюева Т.В., Ботвина Л.Р., Крупнин С.А. Закономерности повреждаемости низколегированных сталей в коррозионно-активных сероводородсодержащих средах // Физико-химическая механика материалов. – 1990. - №2. - С.27–33.
3. Astafjev V.I., Artamoshkin S.V. and Tetjueva T.V. Influence of Microstructure and Non-metallic Inclusions on Sulphide Stress Corrosion Cracking in Low-Alloy Steels // International Journal of Pres-

sure Vessels and Piping. - 1993. - V.55. - No.1. - P. 243-250. (Publishers: Elsevier Science Ltd., UK).
4. Ботвина Л.Р., Тетюева Т.В., Иоффе А.В. Стадийность множественного разрушения низколегированных сталей в среде сероводорода // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1998. - №2. - С.14–22.
5. Саррак В.И., Филиппов Г.А., Куш Г.Г. Взаимодействие водорода с ловушками и его растворимость в мартенситостареющей стали // Физика металлов и металловедение. – 1983. - Т.55. - Вып.2. - С.310–315.

Материал поступил в редакцию 19.04.07.

O.V. KUDRYAKOV, I.G. POGORELOVA

INCREASE OF FUNCTIONAL PROPERTIES OF A PIPE STEEL AT THE COMBINED HEAT TREATMENT

In work the processes of structure formation of a pipe steel under action of various kinds and modes of heat treatment (at furnace or induction heating) are investigated. The efficiency of induction hardening of oil-and-gas pipes from an intercritical interval of temperatures is shown. This mode in a combination with other kinds of heat treatment (normalization, full hardening and tempering) is provided jump of a yield point and especially a cold resisting property of steel (almost on the order at the temperature of test –70°C). At that the steel resistance to some kinds of corrosion trouble, which are featured for the soil of Siberia and Far North, is increased appreciablly.

КУДРЯКОВ Олег Вячеславович (р.1958), профессор (2005) кафедры "Физическое и прикладное материаловедение" Донского государственного технического университета, доктор технических наук (2001).
Область научных интересов: неравновесные фазовые превращения и метастабильные структуры компактных металлических материалов, проблемы упрочнения сталей и сплавов с использованием концентрированных потоков энергии, материаловедческие аспекты термической обработки и формирования покрытий на металлических изделиях.
Автор около 100 научных публикаций, монографий, учебных пособий.

ПОГОРЕЛОВА Ирина Георгиевна (р.1957), начальник лаборатории металловедения ЦЗЛ ОАО «ТАГМЕТ», соискатель кафедры "Физическое и прикладное материаловедение" Донского государственного технического университета.

Область научных интересов: разработка новых марок сталей и технологий термической обработки труб нефтяного сортамента.
Автор патента и двух научных публикаций.